



PATENT

ATTORNEY DOCKET NO. 053588-5013

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re Application of:

Takatsugu DOI

Application No.: 10/617,733

Filed: July 14, 2003

For: **INKJET INK AND INKJET RECORDING METHOD**

)  
)  
) Confirmation No.: 3599

)  
) Group Art Unit: 2853

)  
) Examiner: Unassigned  
)

Commissioner for Patents  
Arlington, VA 22202

Sir:

**CLAIM FOR PRIORITY**

Under the provisions of 35 U.S.C. §119, Applicants hereby claim the benefit of the filing date of Certified copy of Japanese Patent Application No. 2002-359184 filed December 11, 2002 for the above-identified United States Patent Application.

In support of Applicants' claim for priority, filed herewith is a certified copy of the Japanese application.

Respectfully submitted,

**MORGAN, LEWIS & BOCKIUS LLP**

Robert J. Goodell  
Reg. No. 41,040

Dated: December 12, 2003

**CUSTOMER NO. 009629**  
**MORGAN, LEWIS & BOCKIUS LLP**  
1111 Pennsylvania Avenue, NW  
Washington, D.C. 20004  
Tel.: (202) 739-3000  
Fax: (202) 739-3001

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 2 年 1 2 月 1 1 日

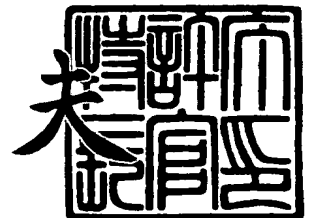
出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 2 - 3 5 9 1 8 4  
[ST. 10/C]: [ J P 2 0 0 2 - 3 5 9 1 8 4 ]

出 願 人  
Applicant(s): 富 士 ゼ ロ ッ ク ス 株 式 会 社

2 0 0 3 年 1 1 月 1 1 日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 FE02-01526

【提出日】 平成14年12月11日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09D 11/00

【発明者】

    【住所又は居所】 神奈川県海老名市本郷 2 2 7 4 番地 富士ゼロックス株式会社海老名事業所内

    【氏名】 土井 孝次

【特許出願人】

    【識別番号】 000005496

    【氏名又は名称】 富士ゼロックス株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100079049

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 中島 淳

    【電話番号】 03-3357-5171

【選任した代理人】

    【識別番号】 100084995

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 加藤 和詳

    【電話番号】 03-3357-5171

【選任した代理人】

    【識別番号】 100085279

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 西元 勝一

    【電話番号】 03-3357-5171

**【選任した代理人】****【識別番号】** 100099025**【弁理士】****【氏名又は名称】** 福田 浩志**【電話番号】** 03-3357-5171**【手数料の表示】****【予納台帳番号】** 006839**【納付金額】** 21,000円**【提出物件の目録】****【物件名】** 明細書 1**【物件名】** 要約書 1**【包括委任状番号】** 9503326**【包括委任状番号】** 9503325**【包括委任状番号】** 9503322**【包括委任状番号】** 9503324**【プルーフの要否】** 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 インクジェットインク、並びに、インクジェット記録方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 少なくとも、顔料と、水溶性溶媒と、水とを含むインクジェットインクにおいて、

前記水溶性溶媒が、下記一般式 (I) で示される水溶性溶媒を少なくとも 1 種以上含む第 1 の水溶性溶媒群と、前記一般式 (I) で示される水溶性溶媒による溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも溶解性パラメータが 1 以上大きい水溶性溶媒を 1 種以上含む第 2 の水溶性溶媒群と、前記溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも溶解性パラメータが 1 以上小さい水溶性溶媒を 1 種以上含む第 3 の水溶性溶媒群とを含み、前記インクジェットインクに含まれるそれぞれの水溶性溶媒群の含有量 (質量%) が下式 (1) 及び下式 (2) の関係を満たすことを特徴とするインクジェットインク。

・一般式 (I)  $HO-(CHR-CH_2-O)_n-H$

・式 (1)  $W_2/W_1 \geq 1.0$

・式 (2)  $0.25 \leq W_3/W_1 \leq 0.75$

[但し、一般式 (I)、式 (1) および式 (2) 中、 $n$  は 3～6 の整数を表し、 $R$  は水素またはメチル基を表し、 $W_1$  は前記インクジェットインクに含まれる第 1 の水溶性溶媒群の含有量 (質量%) を表し、 $W_2$  は前記インクジェットインクに含まれる前記第 2 の水溶性溶媒群の含有量 (質量%) を表し、 $W_3$  は前記インクジェットインクに含まれる前記第 3 の水溶性溶媒群の含有量 (質量%) を表す。]

【請求項 2】 前記第 1 の水溶性有機溶媒群が、さらに、溶解性パラメータ  $SP_1$  との差の絶対値が 1 未満の溶解性パラメータを有する前記一般式 (I) 以外の水溶性溶媒を含むことを特徴とする請求項 1 に記載のインクジェットインク。

【請求項 3】 少なくとも、顔料と、水溶性溶媒と、水とを含むインクジェットインクを用いて、多価金属塩、有機カチオン物質、又は、有機アニオン物質を含有する記録媒体に印字するインクジェット記録方法において、

前記水溶性溶媒が、下記一般式 (I) で示される水溶性溶媒を少なくとも 1 種

以上含む第1の水溶性溶媒群と、前記一般式(I)で示される水溶性溶媒による溶解性パラメータ $SP_1$ よりも溶解性パラメータが1以上大きい水溶性溶媒を1種以上含む第2の水溶性溶媒群と、前記溶解性パラメータ $SP_1$ よりも溶解性パラメータが1以上小さい水溶性溶媒を1種以上含む第3の水溶性溶媒群とを含み、前記インクに含まれるそれぞれの水溶性溶媒群の含有量(質量%)が下式(1)及び下式(2)の関係を満たすことを特徴とするインクジェット記録方法。

・一般式(I)  $HO-(CHR-CH_2-O)_n-H$

・式(1)  $W_2/W_1 \geq 1.0$

・式(2)  $0.25 \leq W_3/W_1 \leq 0.75$

[但し、一般式(I)、式(1)および式(2)中、 $n$ は3～6の整数を表し、 $R$ は水素またはメチル基を表し、 $W_1$ は前記インクジェットインクに含まれる第1の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表し、 $W_2$ は前記インクジェットインクに含まれる前記第2の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表し、 $W_3$ は前記インクジェットインクに含まれる前記第3の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表す。]

【請求項4】 前記第1の水溶性有機溶媒群が、さらに、溶解性パラメータ $SP_1$ との差の絶対値が1未満の溶解性パラメータを有する前記一般式(I)以外の水溶性溶媒を含むことを特徴とする請求項3に記載のインクジェット記録方法。

【請求項5】 多価金属塩、有機カチオン物質、又は、有機アニオン物質を含有する液体組成物を記録媒体表面に付与した後、前記記録媒体表面の前記液体組成物が付与された領域に、少なくとも、顔料と、水溶性溶媒と、水とを含むインクジェットインクを用いて印字するインクジェット記録方法において、

前記水溶性溶媒が、下記一般式(I)で示される水溶性溶媒を少なくとも1種以上含む第1の水溶性溶媒群と、前記一般式(I)で示される水溶性溶媒による溶解性パラメータ $SP_1$ よりも溶解性パラメータが1以上大きい水溶性溶媒を1種以上含む第2の水溶性溶媒群と、前記溶解性パラメータ $SP_1$ よりも溶解性パラメータが1以上小さい水溶性溶媒を1種以上含む第3の水溶性溶媒群とを含み、前記インクに含まれるそれぞれの水溶性溶媒群の含有量(質量%)が下式(1)及び下式(2)の関係を満たすことを特徴とするインクジェット記録方法。

・一般式 (I)  $\text{HO}-(\text{CHR}-\text{CH}_2-\text{O})_n-\text{H}$

・式 (1)  $W_2/W_1 \geq 1.0$

・式 (2)  $0.25 \leq W_3/W_1 \leq 0.75$

[但し、一般式 (I)、式 (1) および式 (2) 中、 $n$  は 3～6 の整数を表し、 $R$  は水素またはメチル基を表し、 $W_1$  は前記インクジェットインクに含まれる第 1 の水溶性溶媒群の含有量 (質量%) を表し、 $W_2$  は前記インクジェットインクに含まれる前記第 2 の水溶性溶媒群の含有量 (質量%) を表し、 $W_3$  は前記インクジェットインクに含まれる前記第 3 の水溶性溶媒群の含有量 (質量%) を表す。]

【請求項 6】 前記第 1 の水溶性有機溶媒群が、さらに、溶解性パラメータ  $SP_1$  との差の絶対値が 1 未満の溶解性パラメータを有する前記一般式 (I) 以外の水溶性溶媒を含むことを特徴とする請求項 5 に記載のインクジェット記録方法。

【請求項 7】 少なくとも、顔料と、水溶性溶媒と、水とを含むインクジェットインクを用いて、熱インクジェット方式またはピエゾインクジェット方式により記録媒体に印字するインクジェット記録方法において、

前記水溶性溶媒が、下記一般式 (I) で示される水溶性溶媒を少なくとも 1 種以上含む第 1 の水溶性溶媒群と、前記一般式 (I) で示される水溶性溶媒による溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも溶解性パラメータが 1 以上大きい水溶性溶媒を 1 種以上含む第 2 の水溶性溶媒群と、前記溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも溶解性パラメータが 1 以上小さい水溶性溶媒を 1 種以上含む第 3 の水溶性溶媒群とを含み、前記インクに含まれるそれぞれの水溶性溶媒群の含有量 (質量%) が下式 (1) 及び下式 (2) の関係を満たすことを特徴とするインクジェット記録方法。

・一般式 (I)  $\text{HO}-(\text{CHR}-\text{CH}_2-\text{O})_n-\text{H}$

・式 (1)  $W_2/W_1 \geq 1.0$

・式 (2)  $0.25 \leq W_3/W_1 \leq 0.75$

[但し、一般式 (I)、式 (1) および式 (2) 中、 $n$  は 3～6 の整数を表し、 $R$  は水素またはメチル基を表し、 $W_1$  は前記インクジェットインクに含まれる第 1 の水溶性溶媒群の含有量 (質量%) を表し、 $W_2$  は前記インクジェットインクに含まれる前記第 2 の水溶性溶媒群の含有量 (質量%) を表し、 $W_3$  は前記インクジ

ェトインクに含まれる前記第3の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表す。]

【請求項8】 前記第1の水溶性有機溶媒群が、さらに、溶解性パラメータ  $S_{P1}$  との差の絶対値が1未満の溶解性パラメータを有する前記一般式(I)以外の水溶性溶媒を含むことを特徴とする請求項7に記載のインクジェット記録方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、インクジェットインク、並びに、インクジェット記録方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

ノズル、スリットあるいは多孔質フィルム等のインク吐出口から液体あるいは溶融固体等のインクを吐出する、いわゆるインクジェット方式は、小型で、安価である等の特徴から、多くのプリンターに用いられている。これらインクジェット方式の中でも、圧電素子の変形を利用しインクを吐出させるピエゾインクジェット方式、あるいは、熱エネルギーによるインクの沸騰現象を利用した熱インクジェット方式等が高解像度、高速印字性などの観点から多く利用されている。また、インクジェットプリンターは、普通紙、インクジェット専用紙等のいわゆる紙に印字されるだけでなく、OHPシート等のフィルムあるいは布等に対しても印字することが出来る。

【0003】

長期保存安定性を目的に、下記一般式(II)で示される溶媒を有機溶媒として使用することが提案されている(例えば、特許文献1参照)。長期保存安定性を確保するためには水分の蒸発を防止することが必要であり、従来の技術では、このような観点から、一般式(II)で示される溶媒を保湿剤として使用していた。しかしながら、顔料と一般式(II)で示される溶媒とを組み合わせたインクでは、顔料の凝集に伴う保存安定性の低下が生じることがある。

【0004】



・一般式 (I I)  $\text{HO}-(\text{CHR}-\text{CH}_2-\text{O})_n-\text{H}$

[但し、一般式 (I I) 中、 $n$ は整数を表し、 $R$ は、水素又はアルキル基を表す。]

【0005】

また、長期保存安定性、普通紙での乾燥性、印字品質、耐水性、耐擦性の向上を目的として、水、水に自己分散可能な顔料、及び、水溶性有機溶剤を含有し、S. P. 値が12以下で25℃における表面張力が40mN/m未満の水溶性有機化合物をインク的全質量に対して、3.0質量%～15.0質量%の範囲内で含有するインクジェット記録用インクが提案されている(特許文献2)。特許文献2の実施例には、その他の添加剤としてトリエチレングリコールが添加されたインクについて示されているが、このようなインクをより長期間に渡り保存した場合には保存安定性で不充分であることが判明した。

【0006】

また、少なくとも1つのカルボキシル基を有する色材を含むインク組成物と、多価金属塩溶液とを使用し、記録媒体に、前記多価金属塩溶液を付与した後に、前記インク組成物を用いて印字する画像形成方法が提案されている(例えば、特許文献3参照)。この方法は、耐水性及びカラーブリードの改善を目的としているが、色材に顔料を使用した場合、長期噴射安定性が低下する場合が存在した。

上記のように、従来の方法では、長期噴射安定性、長期保存安定性、光学濃度、滲み、および、耐水性を同時に満足することはできなかった。

【0007】

【特許文献1】

特開平05-17714号公報

【特許文献2】

特開平11-228898号公報

【特許文献3】

特開平05-202328号公報

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記問題点を解決することを課題とする。すなわち、本発明は、長期噴射安定性、長期保存安定性、光学濃度、滲み、および、耐水性に優れたインクジェットインク、並びに、インクジェット記録方法を提供する事を課題とする。

#### 【0009】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明に係る課題を解決するため鋭意検討を行った結果、長期噴射安定性、長期保存安定性、光学濃度、滲み、耐水性を同時に満足するためには、本発明者は、以下に説明する本発明を考案するに至った。

#### 【0010】

<1> 少なくとも、顔料と、水溶性溶媒と、水とを含むインクジェットインクにおいて、

前記水溶性溶媒が、下記一般式（I）で示される水溶性溶媒を少なくとも1種以上含む第1の水溶性溶媒群と、前記一般式（I）で示される水溶性溶媒による溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも溶解性パラメータが1以上大きい水溶性溶媒を1種以上含む第2の水溶性溶媒群と、前記溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも溶解性パラメータが1以上小さい水溶性溶媒を1種以上含む第3の水溶性溶媒群とを含み、前記インクジェットインクに含まれるそれぞれの水溶性溶媒群の含有量（質量%）が下式（1）及び下式（2）の関係を満たすことを特徴とするインクジェットインクである。

・一般式（I）  $HO-(CHR-CH_2-O)_n-H$

・式（1）  $W_2/W_1 \geq 1.0$

・式（2）  $0.25 \leq W_3/W_1 \leq 0.75$

〔但し、一般式（I）、式（1）および式（2）中、nは3～6の整数を表し、Rは水素またはメチル基を表し、 $W_1$ は前記インクジェットインクに含まれる第1の水溶性溶媒群の含有量（質量%）を表し、 $W_2$ は前記インクジェットインクに含まれる前記第2の水溶性溶媒群の含有量（質量%）を表し、 $W_3$ は前記インクジェットインクに含まれる前記第3の水溶性溶媒群の含有量（質量%）を表す。〕

#### 【0011】

<2> 前記第1の水溶性有機溶媒群が、さらに、溶解性パラメータ  $SP_1$  との差の絶対値が1未満の溶解性パラメータを有する前記一般式 (I) 以外の水溶性溶媒を含むことを特徴とする<1>に記載のインクジェットインクである。

【0012】

<3> 前記顔料が、水に自己分散可能な顔料であることを特徴とする<1>に記載のインクジェットインクである。

【0013】

<4> 前記インクジェットインク中に、高分子アニオンまたは高分子カチオンが含まれることを特徴とする<3>に記載のインクジェットインクである。

【0014】

<5> 前記顔料が、高分子分散剤により分散されていることを特徴とする<1>に記載のインクジェットインクである。

【0015】

<6>  $\zeta$  電位絶対値が、3 mV 以上 60 mV 以下の範囲内であることを特徴とする<2>または<5>に記載のインクジェットインクである。

【0016】

<7> 表面張力が、20 mN/m 以上 45 mN/m 未満の範囲内であることを特徴とする<1>に記載のインクジェットインクである。

【0017】

<8> 粘度が、1.2 mPa·s 以上 6.0 mPa·s 未満の範囲内であることを特徴とする<1>に記載のインクジェットインクである。

【0018】

<9> 少なくとも、顔料と、水溶性溶媒と、水とを含むインクジェットインクを用いて、多価金属塩、有機カチオン物質、又は、有機アニオン物質を含有する記録媒体に印字するインクジェット記録方法において、

前記水溶性溶媒が、下記一般式 (I) で示される水溶性溶媒を少なくとも1種以上含む第1の水溶性溶媒群と、前記一般式 (I) で示される水溶性溶媒による溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも溶解性パラメータが1以上大きい水溶性溶媒を1種以上含む第2の水溶性溶媒群と、前記溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも溶解性パ

ラメータが1以上小さい水溶性溶媒を1種以上含む第3の水溶性溶媒群とを含み、前記インクに含まれるそれぞれの水溶性溶媒群の含有量(質量%)が下式(1)及び下式(2)の関係を満たすことを特徴とするインクジェット記録方法である。

・一般式(I)  $\text{HO}-(\text{CHR}-\text{CH}_2-\text{O})_n-\text{H}$

・式(1)  $W_2/W_1 \geq 1.0$

・式(2)  $0.25 \leq W_3/W_1 \leq 0.75$

[但し、一般式(I)、式(1)および式(2)中、nは3～6の整数を表し、Rは水素またはメチル基を表し、 $W_1$ は前記インクジェットインクに含まれる第1の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表し、 $W_2$ は前記インクジェットインクに含まれる前記第2の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表し、 $W_3$ は前記インクジェットインクに含まれる前記第3の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表す。]

#### 【0019】

<10> 前記第1の水溶性有機溶媒群が、さらに、溶解性パラメータ $SP_1$ との差の絶対値が1未満の溶解性パラメータを有する前記一般式(I)以外の水溶性溶媒を含むことを特徴とする<9>に記載のインクジェット記録方法である。

#### 【0020】

<11> 前記記録媒体表面に滴下された前記インクジェットインク中に含まれる粒子径 $5\mu\text{m}$ 以上の粒子数が、 $1 \times 10^2$ 個/ $\mu\text{m}$ 以上であることを特徴とする<9>に記載のインクジェット記録方法である

#### 【0021】

<12> 多価金属塩、有機カチオン物質、又は、有機アニオン物質を含有する液体組成物を記録媒体表面に付与した後、前記記録媒体表面の前記液体組成物が付与された領域に、少なくとも、顔料と、水溶性溶媒と、水とを含むインクジェットインクを用いて印字するインクジェット記録方法において、

前記水溶性溶媒が、下記一般式(I)で示される水溶性溶媒を少なくとも1種以上含む第1の水溶性溶媒群と、前記一般式(I)で示される水溶性溶媒による溶解性パラメータ $SP_1$ よりも溶解性パラメータが1以上大きい水溶性溶媒を1

種以上含む第2の水溶性溶媒群と、前記溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも溶解性パラメータが1以上小さい水溶性溶媒を1種以上含む第3の水溶性溶媒群とを含み、前記インクに含まれるそれぞれの水溶性溶媒群の含有量(質量%)が下式(1)及び下式(2)の関係を満たすことを特徴とするインクジェット記録方法である。

・一般式(I)  $HO-(CHR-CH_2-O)_n-H$

・式(1)  $W_2/W_1 \geq 1.0$

・式(2)  $0.25 \leq W_3/W_1 \leq 0.75$

[但し、一般式(I)、式(1)および式(2)中、 $n$ は3~6の整数を表し、 $R$ は水素またはメチル基を表し、 $W_1$ は前記インクジェットインクに含まれる第1の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表し、 $W_2$ は前記インクジェットインクに含まれる前記第2の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表し、 $W_3$ は前記インクジェットインクに含まれる前記第3の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表す。]

#### 【0022】

<13> 前記第1の水溶性有機溶媒群が、さらに、溶解性パラメータ  $SP_1$  との差の絶対値が1未満の溶解性パラメータを有する前記一般式(I)以外の水溶性溶媒を含むことを特徴とする<12>に記載のインクジェット記録方法である。

#### 【0023】

<14> 前記インクジェット用インクと前記液体組成物とを混合した混合液中に含まれる粒子径  $5 \mu m$  以上の粒子数が、 $1.0 \times 10^3$  個/ $\mu l$  以上であることを特徴とする<12>に記載のインクジェット記録方法である。

#### 【0024】

<15> 少なくとも、顔料と、水溶性溶媒と、水とを含むインクジェットインクを用いて、熱インクジェット方式またはピエゾインクジェット方式により記録媒体に印字するインクジェット記録方法において、

前記水溶性溶媒が、下記一般式(I)で示される水溶性溶媒を少なくとも1種以上含む第1の水溶性溶媒群と、前記一般式(I)で示される水溶性溶媒による溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも溶解性パラメータが1以上大きい水溶性溶媒を1

種以上含む第2の水溶性溶媒群と、前記溶解性パラメータ $SP_1$ よりも溶解性パラメータが1以上小さい水溶性溶媒を1種以上含む第3の水溶性溶媒群とを含み、前記インクに含まれるそれぞれの水溶性溶媒群の含有量(質量%)が下式(1)及び下式(2)の関係を満たすことを特徴とするインクジェット記録方法である。

・一般式(I)  $HO-(CHR-CH_2-O)_n-H$

・式(1)  $W_2/W_1 \geq 1.0$

・式(2)  $0.25 \leq W_3/W_1 \leq 0.75$

[但し、一般式(I)、式(1)および式(2)中、 $n$ は3～6の整数を表し、 $R$ は水素またはメチル基を表し、 $W_1$ は前記インクジェットインクに含まれる第1の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表し、 $W_2$ は前記インクジェットインクに含まれる前記第2の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表し、 $W_3$ は前記インクジェットインクに含まれる前記第3の水溶性溶媒群の含有量(質量%)を表す。]

#### 【0025】

<16> 前記第1の水溶性有機溶媒群が、さらに、溶解性パラメータ $SP_1$ との差の絶対値が1未満の溶解性パラメータを有する前記一般式(I)以外の水溶性溶媒を含むことを特徴とする<15>に記載のインクジェット記録方法である。

#### 【0026】

<17> 前記インクジェットインクが前記記録媒体表面に付与される際の付与量が、液滴1ドロップ当たり25ng以下であることを特徴とする<15>に記載のインクジェット記録方法である。

#### 【0027】

#### 【発明の実施の形態】

以下に、本発明をインクジェットインクと、インクジェット記録方法とに分けて、順次説明する。

#### 【0028】

(インクジェットインク)

本発明のインクジェットインク(以下、「インク」と略す場合がある)は、少

なくとも、顔料と、水溶性溶媒と、水とを含むインクジェットインクにおいて、前記水溶性溶媒が、下記一般式 (I) で示される水溶性溶媒を少なくとも 1 種以上含む第 1 の水溶性溶媒群と、前記一般式 (I) で示される水溶性溶媒による溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも溶解性パラメータが 1 以上大きい水溶性溶媒を 1 種以上含む第 2 の水溶性溶媒群と、前記溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも溶解性パラメータが 1 以上小さい水溶性溶媒を 1 種以上含む第 3 の水溶性溶媒群とを含み、前記インクジェットインクに含まれるそれぞれの水溶性溶媒群の含有量 (質量%) が下式 (1) 及び下式 (2) の関係を満たすことを特徴とする。

・一般式 (I)  $HO-(CHR-CH_2-O)_n-H$

・式 (1)  $W_2/W_1 \geq 1.0$

・式 (2)  $0.25 \leq W_3/W_1 \leq 0.75$

#### 【0029】

但し、一般式 (I)、式 (1) および式 (2) 中、 $n$  は 3～6 の整数を表し、 $R$  は水素またはメチル基を表し、 $W_1$  は前記インクジェットインクに含まれる第 1 の水溶性溶媒群の含有量 (質量%) を表し、 $W_2$  は前記インクジェットインクに含まれる前記第 2 の水溶性溶媒群の含有量 (質量%) を表し、 $W_3$  は前記インクジェットインクに含まれる前記第 3 の水溶性溶媒群の含有量 (質量%) を表す。

#### 【0030】

なお、第 1 の水溶性溶媒群が、一般式 (I) で示される水溶性溶媒を 2 種類以上含有する場合には、第 1 の水溶性溶媒群の溶解性パラメータ  $SP_1$  は、下式 (3) に示されるように、個々の一般式 (I) で示される水溶性溶媒の溶解性パラメータに対して、含有量 (質量%) による荷重平均を加味して算出した値として求められた値を意味する。

#### 【0031】

##### 【数 1】

$$\text{・ 式 (3)} \quad SP_1 = \frac{\sum (SP(n) \times W(n))}{\sum W(n)}$$

#### 【0032】

但し、式（３）において、 $SP(n)$  は、一般式（Ｉ）に該当する  $n$  番目の水溶性溶媒の溶解性パラメータ、 $W(n)$  は一般式（Ｉ）に該当する  $n$  番目の水溶性溶媒の含有量（質量％）、 $n$  は 1 以上の整数を示す。

#### 【0033】

本発明のインクは、上記に説明したような構成を有し、且つ、式（１）および（２）を同時に満たすために、長期噴射安定性、長期保存安定性、光学濃度、滲み、および、耐水性に優れるものであるが、インク中に含まれる 3 種以上の水溶性溶媒が、上記の式（１）および（２）のいずれかを満たすことができない場合には、長期噴射安定性、長期保存安定性、光学濃度、滲み、耐水性の全てを高いレベルで満足させることができない。

#### 【0034】

このような効果を奏するメカニズムについては明らかとなっていないが、本発明者は以下のように推定している。

まず、本発明のインク中に用いられる一般式（Ｉ）で示される水溶性溶媒について本発明者が鋭意検討したところ、この水溶性溶媒をインクに添加した場合、顔料との組合せを前提として  $Drop$  速度向上や、 $Kogation$ （熱インクジェット方式を用いて印字を行う場合、プリントヘッドの印加パルス数が増えるに従い、プリントヘッドに設けられたヒータ上にインク成分が固着する現象）防止を確認した。

#### 【0035】

一方、 $kogation$  はヒーターの熱ストレスによりインク成分が変成することが原因の一つであると考えられている。この  $Kogation$  が発生することにより、インクの吐出性が低下し、光学濃度の低下や、噴射方向性の劣化が生じ、結果として長期噴射安定性が低下する傾向にある。

しかしながら、上記の結果から、本発明者は、インクへの一般式（Ｉ）で示される水溶性溶媒の添加が、 $Drop$  速度を速くし、インクの噴射特性を向上させることで  $Kogation$  の影響による長期噴射安定性の劣化を防止しているものと推定している。また、このような長期噴射安定性の劣化の防止は、一般式（Ｉ）で示される水溶性溶媒が、インクがヒーターで加熱された際に生じる気泡の



発生に何らかの影響を及ぼしているためであると推定される。

#### 【0036】

なお、従来のインクにおいても、一般式（I）で示される水溶性溶媒が使用されていたものの、このような水溶性溶媒は、インク中の水分の蒸発を防止して保存安定性を向上させるための保湿剤として利用されてきたものである。しかしながら、本発明者が鋭意検討したところ、インク中に一般式（I）で示される水溶性溶媒を添加しても、より長期間に渡りインクを保存しようとした場合には、保存安定性が低下する場合があった。このような長期での保存安定性の低下は、保管中にインクに含まれる色材の粒子径が増加している場合が確認されたことから、一般式（I）で示される水溶性溶媒が色材と相互作用し、この色材の分散を不安定化することが寄与しているものと推定される。

#### 【0037】

本発明者は、上記したような問題を解決するために、一般式（I）で示される水溶性溶媒を含む第1の水溶性溶媒群に、さらに第2および第3の水溶性溶媒群を組み合わせ、これらの水溶性溶媒が上記の式（1）および（2）の関係たすように作製したインクを用いることが有効であることを見出した。さらに、このような場合には、長期噴射安定性を損なうことなく長期保存安定性にも優れることの他にも、光学濃度、滲み、耐水性も高いレベルで満足させることができることが可能であることも見出した。

#### 【0038】

このように長期噴射安定性を損なうことなく、長期保存安定性にも優れるメカニズムについては明らかとなっていないが、①第1の水溶性溶媒群よりも疎水性である第3の水溶性溶媒群をインクに添加することにより、第1の水溶性溶媒群のインク中への溶解性を改善し、顔料と第1の水溶性溶媒群との相互作用を低減させること、②第1の水溶性溶媒群よりも親水性である第2の水溶性溶媒群をインクに添加することにより、インクの保湿性を確保し水分の過剰な蒸発を抑制すること、以上の2点が寄与しているものと推定される。

#### 【0039】

本発明のインクは、既述したように、インク中に含まれる3種の水溶性溶媒群

が、上記の式（１）および（２）のいずれかを満たすことができない場合には、長期噴射安定性、長期保存安定性、光学濃度、滲み、耐水性の全てを高いレベルで満足させることができないものである。この場合、式（１）および（２）とこれらの特性との間には１：１の明確な対応関係が有るとは言い難いがものの、以下のような傾向がある。

#### 【0040】

まず、 $W_2/W_1$ の値が１未満の場合には、水分蒸発により長期保存性が悪化する傾向にある。

また、 $W_3/W_1$ の値が０．２５未満の場合には、インク中の色材の粒径増大（分散状態の不安定化や凝集によるものと推定される）により長期保存性が悪化する傾向にある。さらに、 $W_3/W_1$ の値が０．７５を超える場合には、第１の水溶性溶媒群のインク中への溶解性が高まり、長期噴射安定性が低下する傾向にある。

#### 【0041】

なお、式（１）において、 $W_2/W_1$ の値は１．５以上であることが好ましく、２以上であることが更に好ましい。また、式（２）において、 $W_3/W_1$ の値は、０．３以上０．７以下の範囲内であることが好ましく、０．４以上０．６以下であることがより好ましい。

#### 【0042】

但し、本発明において、溶解性パラメーター（ＳＰ値）は、下式（４）で定義される値を意味する。ＳＰ値は、化学組成、蒸発熱、屈折率、カウリブタノール価、表面張力等を利用して求めることができるが、本発明においては化学組成から計算して求められたFedorsのＳＰ値を用いた。

#### 【0043】

#### 【数２】

$$\text{式（４）} \quad SP = \sqrt{\frac{\Delta E}{V}} = \sqrt{\frac{\sum_i \Delta ei}{\sum_i \Delta vi}}$$

## 【0044】

但し、式(4)において、 $SP$ は溶解性パラメーターを表し、 $\Delta E$ は凝集エネルギー( $\text{cal/mol}$ )を表し、 $V$ はモル体積( $\text{cm}^3/\text{mol}$ )を表し、 $\Delta e_i$ は*i*番目の原子又は原子団の蒸発エネルギー( $\text{cal/原子又は原子団}$ )を表し、 $\Delta v_i$ は*i*番目の原子又は原子団のモル体積( $\text{cm}^3/\text{原子又は原子団}$ )を表し、*i*は1以上の整数を表す。

## 【0045】

なお、式(4)で表される $SP$ 値は、慣行としてその単位が $\text{cal}^{1/2}/\text{cm}^{3/2}$ となるように求められ、且つ、無次元で表記されるものである。これに加えて、本発明においては、2つの化合物間における $SP$ 値の相対的な差が意義を持つため、本発明においては、上記した慣行に従い求められた値を用い、無次元で表記することとした。

なお、参考までに、式(4)で示される $SP$ 値を $SI$ 単位( $\text{J}^{1/2}/\text{m}^{3/2}$ )に換算する場合には、2046を乗ずればよい。

## 【0046】

本発明のインクは、上記に説明したようにインク中に含まれる水溶性溶媒の種類やその溶解性パラメーター、含有量に特徴を有するものであるが、以下にこれら以外の望ましい物性について説明する。

## 【0047】

本発明のインク中に含まれる顔料等の色材の $\zeta$ 電位絶対値としては、 $3\text{ mV}$ 以上 $60\text{ mV}$ 以下の範囲内であることが好ましく、より好ましくは $5\text{ mV}$ 以上 $40\text{ mV}$ 以下の範囲内であり、更に好ましくは、 $7.5\text{ mV}$ 以上 $30\text{ mV}$ 以下の範囲内である。 $\zeta$ 電位絶対値が $5\text{ mV}$ 未満の場合には、長期保存安定性が保てない場合がある。一方、 $\zeta$ 電位絶対値が $60\text{ mV}$ を超える場合には、色材の水への再分散性が高くなり、耐水性が悪化する場合がある。

## 【0048】

本発明のインクの表面張力は、 $20\text{ mN/m}$ 以上 $45\text{ mN/m}$ 未満の範囲内であることが好ましい。より好ましくは、 $25\text{ mN/m}$ 以上 $40\text{ mN/m}$ 未満の範囲内であり、更に好ましくは、 $27.5\text{ mN/m}$ 以上 $37.5\text{ mN/m}$ 未満の範囲内

である。

インクの表面張力が  $20 \text{ mN/m}$  未満となると、インクの記録媒体への浸透性が速くなり、印字順による色ムラ、光学濃度、滲みが悪化する場合がある。逆に、 $40 \text{ mN/m}$  を超えるとインクの記録媒体への浸透性が遅くなり、ベタ部濃度ムラが発生する場合がある。

#### 【0049】

また、本発明のインクの粘度は、 $1.2 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  以上  $6.0 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  未満の範囲内であることが好ましく、より好ましくは  $1.5 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  以上  $4.5 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  未満の範囲内であり、更に好ましくは  $1.8 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  以上  $4.0 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  未満の範囲内である。

#### 【0050】

インクの粘度が  $6.0 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  より大きい場合には、インクの吐出性が低下し、信頼性が低下する場合がある。

一方、インクの粘度が  $1.2 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  より小さい場合には、十分な光学濃度を得ることができない場合がある。これは、インクの記録媒体への浸透力が大きくなり、顔料が記録媒体内部に浸透するためであると考えられる。

#### 【0051】

次に、本発明のインクの構成成分（顔料、水溶性溶媒、その他の添加成分）の詳細について、説明する。

本発明において使用される顔料としては、有機顔料、無機顔料のいずれも使用でき、黒色顔料では、ファーネスブラック、ランプブラック、アセチレンブラック、チャンネルブラック等のカーボンブラック顔料等が挙げられる。黒色とシアン、マゼンタ、イエローの3原色顔料のほか、赤、緑、青、茶、白等の特定色顔料や、金、銀色等の金属光沢顔料、無色または淡色の体質顔料、プラスチックピグメント等を使用しても良い。また、本発明のために、新規に合成した顔料でも構わない。

#### 【0052】

具体例として、Raven 7000, Raven 5750, Raven 5250, Raven 5000 ULTRA II, Raven 3500, Rave

n2000, Raven1500, Raven1250, Raven1200, Raven1190 ULTRA II, Raven1170, Raven1255, Raven1080, Raven1060 (以上コロンビアン・カーボン社製)、Regal400R, Regal330R, Regal660R, Mogul L, Black Pearls L, Monarch 700, Monarch 800, Monarch 880, Monarch 900, Monarch 1000, Monarch 1100, Monarch 1300, Monarch 1400 (以上キャボット社製)、Color Black FW1, Color Black FW2, Color Black FW2 V, Color Black 18, Color Black FW200, Color Black S150, Color Black S160, Color Black S170, Printex35, Printex U, Printex V, Printex140U, Printex140V, Special Black 6, Special Black 5, Special Black 4A, Special Black 4 (以上デグッサ社製)、No. 25, No. 33, No. 40, No. 47, No. 52, No. 900, No. 2300, MCF-88, MA600, MA7, MA8, MA100 (以上三菱化学社製)等を挙げる事が出来るが、これらに限定されるものではない。

#### 【0053】

シアン色にはC. I. Pigment Blue-1, C. I. Pigment Blue-2, C. I. Pigment Blue-3, C. I. Pigment Blue-15, C. I. Pigment Blue-15:1, C. I. Pigment Blue-15:2, C. I. Pigment Blue-15:3, C. I. Pigment Blue-15:4, C. I. Pigment Blue-16, C. I. Pigment Blue-22, C. I. Pigment Blue-60等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

#### 【0054】

マゼンタ色は、C. I. Pigment Red-5, C. I. Pigment

t Red-7, C. I. Pigment Red-12, C. I. Pigment Red-48, C. I. Pigment Red-48:1, C. I. Pigment Red-57, C. I. Pigment Red-112, C. I. Pigment Red-122, C. I. Pigment Red-123, C. I. Pigment Red-146, C. I. Pigment Red-168, C. I. Pigment Red-184, C. I. Pigment Red-202等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

#### 【0055】

黄色は、C. I. Pigment Yellow-1, C. I. Pigment Yellow-2, C. I. Pigment Yellow-3, C. I. Pigment Yellow-12, C. I. Pigment Yellow-13, C. I. Pigment Yellow-14, C. I. Pigment Yellow-16, C. I. Pigment Yellow-17, C. I. Pigment Yellow-73, C. I. Pigment Yellow-74, C. I. Pigment Yellow-75, C. I. Pigment Yellow-83, C. I. Pigment Yellow-93, C. I. Pigment Yellow-95, C. I. Pigment Yellow-97, C. I. Pigment Yellow-98, C. I. Pigment Yellow-114, C. I. Pigment Yellow-128, C. I. Pigment Yellow-129, C. I. Pigment Yellow-138, C. I. Pigment Yellow-151, C. I. Pigment Yellow-154等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

#### 【0056】

また、本発明に用いられる顔料としては、水に自己分散可能な顔料を用いることもできる。水に自己分散可能な顔料とは、顔料表面に水に対する可溶化基を数多く有し、高分子分散剤が存在しなくとも水中で安定に分散する顔料のことを指す。

具体的には、通常のいわゆる顔料に対して酸・塩基処理、カップリング剤処理

、ポリマーグラフト処理、プラズマ処理、酸化／還元処理等の表面改質処理等を施すことにより、水に自己分散可能な顔料が得られる。

#### 【0057】

また、水に自己分散可能な顔料としては、上記顔料に対して表面改質処理を施した顔料の他、キャボット社製の C a b-o-j e t-200、C a b-o-j e t-250、C a b-o-j e t-260、C a b-o-j e t-270、C a b-o-j e t-300、I J X-444、I J X-55、オリエント化学社製の M i c r o j e t B l a c k C W-1、M i c r o j e t B l a c k C W-2 等の市販の自己分散顔料等も使用できる。

顔料として水に自己分散可能な顔料を用いる場合においても、インク中に高分子アニオン又は高分子カチオンを含んでも構わない。

#### 【0058】

インク中に含まれる顔料の含有量は、0.5 から 20 質量% の範囲内であることが好ましく、1 から 10 質量% の範囲内であることがより好ましい。インク中の顔料の含有量が 0.5 質量% 未満の場合には、十分な光学濃度が得られない場合があり、含有量が 20 質量% よりも多い場合には、インクの噴射特性が不安定となる場合がある。

#### 【0059】

本発明のインクには、下記高分子化合物を添加しても構わない。これらの高分子化合物は、通常の顔料を分散させる顔料分散剤として使用することができ、また、顔料として水に自己分散可能な顔料を用いる場合には添加剤として使用することも出来る。

高分子化合物としては、ノニオン性化合物、アニオン性化合物、カチオン性化合物、両性化合物等が使用でき、例えば、 $\alpha$ ， $\beta$ -エチレン性不飽和基を有するモノマーの共重合体等が使用できる。

#### 【0060】

具体的には、 $\alpha$ ， $\beta$ -エチレン性不飽和基を有するモノマーとして、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、イタコン酸、イタコン酸モノエステル、マレイン酸、マレイン酸モノエステル、フマル酸、フマル酸モノエステル、ビニルスル

ホン酸、スチレンスルホン酸、スルホン化ビニルナフタレン、ビニルアルコール、アクリルアミド、メタクリロキシエチルホスフェート、ビスメタクリロキシエチルホスフェート、メタクリロキシエチルフェニルアシドホスフェート、エチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート、スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、ビニルトルエン等のスチレン誘導体、ビニルシクロヘキサン、ビニルナフタレン、ビニルナフタレン誘導体、アクリル酸アルキルエステル、アクリル酸フェニルエステル、メタクリル酸アルキルエステル、メタクリル酸フェニルエステル、メタクリル酸シクロアルキルエステル、クロトン酸アルキルエステル、イタコン酸ジアルキルエステル、マレイン酸ジアルキルエステル等が挙げられる。

#### 【0061】

上記  $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和基を有するモノマーの単独若しくは複数を共重合して得られる共重合体が高分子分散剤として使用される。具体的には、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、スチレン-スチレンスルホン酸共重合体、スチレン-マレイン酸共重合体、スチレン-メタクリル酸共重合体、スチレン-アクリル酸共重合体、ビニルナフタレン-マレイン酸共重合体、ビニルナフタレン-メタクリル酸共重合体、ビニルナフタレン-アクリル酸共重合体、アクリル酸アルキルエステル-アクリル酸共重合体、メタクリル酸アルキルエステル-メタクリル酸、スチレン-メタクリル酸アルキルエステル-メタクリル酸共重合体、スチレン-アクリル酸アルキルエステル-アクリル酸共重合体、スチレン-メタクリル酸フェニルエステル-メタクリル酸共重合体、スチレン-メタクリル酸シクロヘキシルエステル-メタクリル酸共重合体等が挙げられる。

#### 【0062】

インクに添加される上記に列挙したような高分子化合物は、その質量平均分子量が2000～15000の範囲内であることが好ましい。高分子物質の分子量が2000未満の場合、顔料分散性が低下する場合があります、一方、分子量が15000を超える場合には、インクの粘度が高くなり、吐出性が悪化する場合があります。なお、高分子化合物のより好ましい質量平均分子量は、3500～10000範囲内である。



**【0063】**

インク中に高分子化合物を添加する場合には、その添加量は0.1～3質量%の範囲内であることが好ましい。添加量が3質量%を超える場合には、インク粘度が高くなり、インクの噴射特性が不安定となる場合がある。一方、添加量が0.1質量%未満の場合には、顔料の分散安定性が低下する場合がある。インクへの高分子化合物の添加量としては、0.15～2.5質量%の範囲内がより好ましく、0.2～2質量%の範囲内が更に好ましい。

**【0064】**

本発明に用いられる水溶性有機溶媒としては、多価アルコール類、多価アルコール類誘導体、含窒素溶媒、アルコール類、含硫黄溶媒等、公知の水溶性溶媒を用いることができる。

具体例としては、多価アルコール類では、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ペンタエチレングリコール、ヘキサエチレングリコール、トリプロピレングリコール、1,5-ペンタンジオール、1,2,6-ヘキサントリオール、グリセリン等が挙げられる。

**【0065】**

多価アルコール誘導体としては、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノブチルエーテル、ジグリセリンのエチレンオキサイド付加物等が挙げられる。

**【0066】**

含窒素溶媒としては、ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、シクロヘキシルピロリドン、トリエタノールアミン等が、アルコール類としてはエタノール、イソプロピルアルコール、ブチルアルコール、ベンジルアルコール等のアルコール類が、含硫黄溶媒としては、チオジエタノール、チオジグリセロール、スルホラン、ジメチルスルホキシド等が挙げられる。その他、炭酸プロピレン、炭酸

エチレン等を用いることも出来る。

#### 【0067】

但し、第1の水溶性溶媒群は、既述した一般式(I)で示される水溶性溶媒が用いられることが必要であり、具体的にはトリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ペンタエチレングリコール、ヘキサエチレングリコール、トリプロピレングリコールの群から選ばれる1種、あるいは、2種以上の組み合わせを用いることができる。

なお、第1の水溶性溶媒群が、2種以上の一般式(I)で示される水溶性溶媒を含む場合は、第1の水溶性溶媒群の溶解性パラメータ $SP_1$ は、既述した式(3)により求められる。

#### 【0068】

また、第1の水溶性溶媒群には、一般式(I)以外の水溶性溶媒が1種以上含まれていてもよい。但し、第1の水溶性溶媒群に含まれる一般式(I)以外の水溶性溶媒(以下、「一般式(I)以外の水溶性溶媒」と略す場合がある)とは、その溶解性パラメータが、一般式(I)で示される1種以上の水溶性溶媒の溶解性パラメータ $SP_1$ (2種以上の場合は、式(3)に基き求められた値)との差の絶対値が1未満である水溶性溶媒を意味する。

#### 【0069】

第1の水溶性溶媒群として、一般式(I)で示される1種の水溶性溶媒以外に、一般式(I)以外の水溶性溶媒も含まれる場合、両者の組み合わせとしては、溶解性パラメータが上記した条件を満たすものであれば特に限定されるものではないが、具体例としては次のような組合せを挙げることができる。

#### 【0070】

一般式(I)で示される水溶性溶媒としてトリエチレングリコールを用いる場合には、一般式(I)以外の水溶性溶媒として1, 2-ヘキサジオール、ポリビニルピロリドン、ジグリセリンエチレンオキサイド付加物などを1種以上組み合わせて用いることが可能であり、一般式(I)で示される水溶性溶媒としてテトラエチレングリコールを用いる場合には、一般式(I)以外の水溶性溶媒として1, 2-ヘキサジオール、ジグリセリンエチレンオキサイド付加物、ポリビ

ニルピロリドン、2-ピロリドン、エチレングリコールモノメチルエーテルなどを1種以上組み合わせて用いることが可能であり、一般式(I)で示される水溶性溶媒としてペンタエチレングリコールを用いる場合には、一般式(I)以外の水溶性溶媒としてジエチレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、ポリビニルピロリドン、ジグリセリンエチレンオキサイド付加物、エチレングリコールモノメチルエーテル、2-ピロリドンなどを1種以上組み合わせて用いることが可能である。

#### 【0071】

また、一般式(I)で示される水溶性溶媒としてヘキサエチレングリコールを用いる場合には、一般式(I)以外の水溶性溶媒としてポリビニルピロリドン、2-ピロリドン、エチレングリコールモノメチルエーテル、ジグリセリンエチレンオキサイド付加物、エチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテルなどを1種以上組み合わせて用いることが可能であり、一般式(I)で示される水溶性溶媒としてトリプロピレングリコールを使用する場合には、一般式(I)以外の水溶性溶媒としてジエチレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、ジグリセリンエチレンオキサイド付加物、エチレングリコールモノメチルエーテル、ポリビニルピロリドン、2-ピロリドンなどを1種以上組み合わせて用いることが可能である。

#### 【0072】

なお、一般式(I)で示される水溶性溶媒が2種以上である場合は、既述した式(3)に基き求めた溶解性パラメータ $SP_1$ との差の絶対値が1未満である一般式(I)以外の水溶性溶媒(例えば、上記に列挙したような一般式(I)以外の水溶性溶媒)を1種以上選択し、組み合わせて用いることができる。

#### 【0073】

また、第2の水溶性溶媒群は、第1の水溶性溶媒群の溶解性パラメータ $SP_1$

よりも 1 以上大きい溶解性パラメータを有する水溶性溶媒であれば特に限定されないが、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、エタノール、イソプロピルアルコールからなる群の中から上記関係を満たすものを用いることが好ましく、複数種用いることも出来る。

#### 【0074】

同様に、第 3 の水溶性溶媒群は、第 1 の水溶性溶媒群の溶解性パラメータ  $SP_1$  よりも 1 以上小さい溶解性パラメータを有する水溶性溶媒であれば特に限定されないが、例えば、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノブチルエーテル、ジグリセリンのエチレンオキサイド付加物、ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、シクロヘキシルピロリドン、スルホランからなる群の中から上記の関係を満たすものを用いることが好ましく、複数種用いることが出来る。

#### 【0075】

インク中に含まれる全ての水溶性有機溶媒の含有量としては、1～60 質量%の範囲内であることが好ましく、5～40 質量%の範囲内であることがより好ましい。

インク中に含まれる全ての水溶性有機溶媒の含有量が、1 質量%よりも少ない場合には、十分な光学濃度が得られない場合があり、逆に、60 質量%よりも多い場合には、インク粘度が大きくなり、インクの噴射特性が不安定になる場合がある。

#### 【0076】

本発明のインクには必要に応じて界面活性剤を添加することもできる。この界面活性剤としては、分子内に親水部と疎水部を合わせ持つ構造を有する化合物等を使用することが出来、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤等のいずれを使用しても構わない。又、既述した高分子化合物（高分子分散剤）を界面活性剤として使用することも出来る。

## 【0077】

アニオン性界面活性剤としては、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルフェニルスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、高級脂肪酸塩、高級脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、高級脂肪酸エステルのスルホン酸塩、高級アルコールエーテルの硫酸エステル塩およびスルホン酸塩、高級アルキルスルホコハク酸塩、高級アルキルリン酸エステル塩、高級アルコールエチレンオキサイド付加物のリン酸エステル塩等が使用でき、例えば、ドデシルベンゼンスルホン酸塩、ケリルベンゼンスルホン酸塩、イソプロピルナフタレンスルホン酸塩、モノブチルフェニルフェノールモノスルホン酸塩、モノブチルビフェニルスルホン酸塩、モノブチルビフェニルスルホン酸塩、ジブチルフェニルフェノールジスルホン酸塩等も有効に使用される。

## 【0078】

ノニオン性界面活性剤としては、例えば、ポリプロピレングリコールエチレンオキサイド付加物、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオクタチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、脂肪酸アルキロールアミド、アセチレングリコール、アセチレングリコールのオキシエチレン付加物、脂肪族アルカノールアミド、グリセリンエステル、ソルビタンエステル等が挙げられる。

## 【0079】

カチオン性界面活性剤としては、テトラアルキルアンモニウム塩、アルキルアミン塩、ベンザルコニウム塩、アルキルピリジウム塩、イミダゾリウム塩等が挙げられ、例えば、ジヒドロキシエチルステアрилアミン、2-ヘプタデセニルヒドロキシエチルイミダゾリン、ラウリルジメチルベンジルアンモニウムクロライド、セチルピリジニウムクロライド、ステアラミドメチルピリジウムクロライド等が挙げられる。

## 【0080】

その他、ポリシロキサンオキシエチレン付加物等のシリコーン系界面活性剤や

、パーフルオロアルキルカルボン酸塩、パーフルオロアルキルスルホン酸塩、オキシエチレンパーフルオロアルキルエーテル等のフッ素系界面活性剤、スピクリスポール酸やラムノリピド、リゾレシチン等のバイオサーファクタント等も使用できる。

#### 【0081】

上記に列挙した界面活性剤の中でも顔料の分散安定性という観点から、ノニオン性界面活性剤が好ましい。また、浸透性制御の観点より、アセチレングリコール、アセチレングリコールのオキシエチレン付加物、ポリオキシエチレンアルキルエーテル等が特に好ましい。

#### 【0082】

インク中に添加する界面活性剤の添加量は、10質量%未満であることが好ましく、より好ましくは0.01～5質量%の範囲内であり、更に好ましくは0.01～3質量%の範囲内である。添加量が10質量%以上の場合には、光学濃度、及び、インクの保存安定性が悪化する場合がある。

#### 【0083】

さらに、本発明のインクには、その他、インク吐出性改善等の特性制御を目的として、ポリエチレンイミン、ポリアミン類、ポリビニルピロリドン、ポリエチレングリコール、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等のセルロース誘導体、多糖類及びその誘導体、その他水溶性ポリマー、アクリル系ポリマーエマルション、ポリウレタン系エマルション等のポリマーエマルション、シクロデキストリン、大環状アミン類、デンドリマー、クラウンエーテル類、尿素及びその誘導体、アセトアミド等を用いることができる。

#### 【0084】

また、導電率、pHを調整するため、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化リチウム等のアルカリ金属類の化合物、水酸化アンモニウム、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン、エタノールアミン、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール等の含窒素化合物、水酸化カルシウム等のアルカリ土類金属類の化合物、硫酸、塩酸、硝酸等の酸、硫酸アンモニウム等の強酸と弱アルカリの塩等を使用することが出来る。

その他必要に応じ、pH緩衝剤、酸化防止剤、防カビ剤、粘度調整剤、導電剤、紫外線吸収剤、及びキレート化剤等も添加することができる。

#### 【0085】

(インクジェット記録方法)

次に、本発明のインクジェット記録方法について説明する。本発明のインクジェット記録方法は、本発明のインクを用いて記録媒体に印字する方法であれば特に限定されないが、具体的には以下のような方法であることが好ましい。

#### 【0086】

本発明のインクジェット記録方法において、印字に用いる記録媒体としては、多価金属塩、有機カチオン物質、又は、有機アニオン物質を含有する記録媒体を用いることが好適である。

#### 【0087】

このような記録媒体を本発明のインクと組み合わせて用いることで、記録媒体上でインク中に含まれる顔料等の色材を急速に凝集させることが可能となり、光学濃度、滲み等の画質をより改善することが可能となる。

#### 【0088】

なお、上記した多価金属塩、有機カチオン物質、又は、有機アニオン物質を含有する記録媒体の表面に滴下されたインク中に含まれる粒子径  $5\ \mu\text{m}$  以上の粒子数は  $1.0 \times 10^2$  個/ $\mu\text{L}$  以上であることが好ましく、より好ましくは  $5.0 \times 10^2$  個/ $\mu\text{L}$  以上であり、更に好ましくは  $1.0 \times 10^3$  個/ $\mu\text{L}$  以上である。

記録媒体の表面に滴下されたインク中に含まれる粒子径  $5\ \mu\text{m}$  以上の粒子数が  $1.0 \times 10^2$  個/ $\mu\text{L}$  未満である場合には、光学濃度、滲みが不充分である場合がある。

#### 【0089】

多価金属塩、有機カチオン物質、又は、有機アニオン物質（以下、これらの物質を「インク凝集剤」と略す場合がある）を含有する記録媒体の表面に滴下されたインク中に含まれる粒子径  $5\ \mu\text{m}$  以上の粒子数の測定は、インク凝集剤を含む記録媒体表面にインクを  $0.1\ \text{mL}$  滴下し、滴下後 5 秒以内に前記記録媒体表面

に存在するインクを  $2\mu\text{L}$  採取し、Accusizer<sup>TM</sup> 770 Optical Particle Sizer (Particle Sizing Systems 社製) を用いて実施した。

#### 【0090】

なお、測定時に、上記測定装置に入力する設定パラメータとして、前記混合液中に分散する粒子の密度としては顔料の密度を用いた。前記顔料の密度は、顔料分散液を加熱、乾燥させることによって得られた粉体を比重計、または、比重ビン等を用いて測定することにより求めることが出来る。

#### 【0091】

また、本発明のインクジェット記録方法としては、多価金属塩、有機カチオン物質、又は、有機アニオン物質を含有する液体組成物を記録媒体表面に付与した後、前記記録媒体表面の前記液体組成物が付与された領域に、本発明のインクを用いて印字することが好適である。なお、液体組成物中に含まれる、多価金属塩、有機カチオン物質、有機アニオン物質は上記に説明したような記録媒体表面に含まれるものと同様のもの（インク凝集剤）を用いることができる。

#### 【0092】

このように記録媒体に液体組成物を付与した後に、本発明のインクを用いて印字することにより、記録媒体上でインク中に含まれる顔料等の色材を急速に凝集させることが可能となり、光学濃度、滲み等の画質をより改善することが可能となる。

#### 【0093】

なお、上記した多価金属塩、有機カチオン物質、又は、有機アニオン物質、すなわちインク凝集剤を含有する液体組成物と、本発明のインクとを混合した混合溶液中に含まれる粒子径  $5\mu\text{m}$  以上の粒子数は  $1.0 \times 10^3$  個/ $\mu\text{L}$  以上であることが好ましく、より好ましくは  $5.0 \times 10^3$  個/ $\mu\text{L}$  以上であり、更に好ましくは  $1.0 \times 10^4$  個/ $\mu\text{L}$  以上である。

記録媒体の表面に滴下されたインク中に含まれる  $5\mu\text{m}$  以上粒子数が  $1.0 \times 10^3$  個/ $\mu\text{L}$  未満である場合には、光学濃度、滲みが不充分である場合がある。

。



## 【0094】

インク凝集剤を含有する液体組成物と、本発明のインクとを混合した混合溶液中に含まれる粒子径  $5\mu\text{m}$  以上の粒子数の測定は、インクと液体組成物とを質量比で 1 : 1 の割合で混合し、攪拌しながら混合液  $2\mu\text{L}$  を採取し、Accusizer<sup>TM</sup> 770 Optical Particle Sizer (Particle Sizing Systems 社製) を用い、混合後、10 秒以内に測定した。なお、測定時の装置の設定等、その他の条件については上記した場合と同様である。

## 【0095】

本発明のインクジェット記録方法に用いられる液体組成物は、インク凝集剤を含むものであれば特に限定されないが、界面活性剤が添加されたものであってもよい。この界面活性剤としては、既述したインクに添加することができる界面活性剤と同様のものを用いることができる。

## 【0096】

液体組成物の表面張力は、 $20\text{mN/m}$  以上  $45\text{mN/m}$  未満の範囲内であることが好ましい。より好ましくは、 $25\text{mN/m}$  以上  $40\text{mN/m}$  未満の範囲内であり、更に好ましくは、 $27.5\text{mN/m}$  以上  $37.5\text{mN/m}$  未満の範囲内である。

表面張力が  $20\text{mN/m}$  未満となると液体組成物の記録媒体への浸透性が速くなり、印字順による色ムラ、光学濃度、滲みが悪化する場合がある。逆に、 $40\text{mN/m}$  を超えると浸透性が遅くなり、ベタ部濃度ムラが発生する場合がある。

## 【0097】

液体組成物の粘度は、 $1.2\text{mPa}\cdot\text{s}$  以上  $6.0\text{mPa}\cdot\text{s}$  未満の範囲内であることが好ましく、より好ましくは  $1.5\text{mPa}\cdot\text{s}$  以上  $4.5\text{mPa}\cdot\text{s}$  未満の範囲内であり、更に好ましくは  $1.8\text{mPa}\cdot\text{s}$  以上  $4.0\text{mPa}\cdot\text{s}$  未満の範囲内である。

## 【0098】

液体組成物の粘度が  $6.0\text{mPa}\cdot\text{s}$  より大きい場合には、ノズルからの吐出性が低下し、信頼性が低下する場合がある。

一方、液体組成物の粘度が  $1.2 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  より小さい場合には、十分な光学濃度を得ることができない。これは、液体組成物の記録媒体への浸透力が大きくなり、顔料が記録媒体内部に浸透するためであると考えられる。

#### 【0099】

次に、記録媒体表面や、液体組成物に含まれるインク凝集剤、すなわち、多価塩金属、有機カチオン物質、および、有機アニオン物質の詳細について説明する。

#### 【0100】

記録媒体表面に含まれる多価金属塩、又は、液体組成物中に添加することが可能な多価金属塩としては、アルミニウムイオン、バリウムイオン、カルシウムイオン、銅イオン、鉄イオン、マグネシウムイオン、マンガンイオン、ニッケルイオン、スズイオン、チタンイオン、亜鉛イオン等の多価金属イオンと、塩酸、臭酸、ヨウ化水素酸、硫酸、硝酸、リン酸、チオシアン酸、および、酢酸、蓚酸、乳酸、フマル酸、フマル酸、クエン酸、サリチル酸、安息香酸等の有機カルボン酸及び、有機スルホン酸の塩等が挙げられる。

#### 【0101】

具体例としては、塩化アルミニウム、臭化アルミニウム、硫酸アルミニウム、硝酸アルミニウム、硫酸ナトリウムアルミニウム、硫酸カリウムアルミニウム、酢酸アルミニウム、塩化バリウム、臭化バリウム、ヨウ化バリウム、酸化バリウム、硝酸バリウム、チオシアン酸バリウム、塩化カルシウム、臭化カルシウム、ヨウ化カルシウム、亜硝酸カルシウム、硝酸カルシウム、リン酸二水素カルシウム、チオシアン酸カルシウム、安息香酸カルシウム、酢酸カルシウム、サリチル酸カルシウム、酒石酸カルシウム、乳酸カルシウム、フマル酸カルシウム、クエン酸カルシウム、塩化銅、臭化銅、硫酸銅、硝酸銅、酢酸銅、塩化鉄、臭化鉄、ヨウ化鉄、硫酸鉄、硝酸鉄、蓚酸鉄、乳酸鉄、フマル酸鉄、クエン酸鉄、塩化マグネシウム、臭化マグネシウム、ヨウ化マグネシウム、硫酸マグネシウム、硝酸マグネシウム、酢酸マグネシウム、乳酸マグネシウム、塩化マンガン、硫酸マンガン、硝酸マンガン、リン酸二水素マンガン、酢酸マンガン、サリチル酸マンガン、安息香酸マンガン、乳酸マンガン、塩化ニッケル、臭化ニッケル、硫酸ニッ

ケル、硝酸ニッケル、酢酸ニッケル、硫酸スズ、塩化チタン、塩化亜鉛、臭化亜鉛、硫酸亜鉛、硝酸亜鉛、チオシアン酸亜鉛、酢酸亜鉛等の多価金属類の塩等が挙げられる。

#### 【0102】

続いて、有機カチオン物質としては、1級、2級、3級および4級アミンおよびそれらの塩等が挙げられる。具体例としては、テトラアルキルアンモニウム塩、アルキルアミン塩、ベンザルコニウム塩、アルキルピリジウム塩、イミダゾリウム塩、ポリアミン等が挙げられ、例えば、イソプロピルアミン、イソブチルアミン、t-ブチルアミン、2-エチルヘキシルアミン、ノニルアミン、ジプロピルアミン、ジエチルアミン、トリメチルアミン、トリエチルアミン、ジメチルプロピルアミン、エチレンジアミン、プロピレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、ジエチレントリアミン、テトラエチレンペンタミン、ジエタノールアミン、ジエチルエタノールアミン、トリエタノールアミン、テトラメチルアンモニウムクロライド、テトラエチルアンモニウムブロマイド、ジヒドロキシエチルステアリルアミン、2-ヘプタデセニル-ヒドロキシエチルイミダゾリン、ラウリルジメチルベンジルアンモニウムクロライド、セチルピリジニウムクロライド、ステアラミドメチルピリジウムクロライド、ジアリルジメチルアンモニウムクロライド重合体、ジアリルアミン重合体、モノアリルアミン重合体等が挙げられる。

#### 【0103】

好ましくは、硫酸アルミニウム、塩化カルシウム、硝酸カルシウム、酢酸カルシウム、塩化マグネシウム、硝酸マグネシウム、硫酸マグネシウム、酢酸マグネシウム、硫酸スズ、塩化亜鉛、硝酸亜鉛、硫酸亜鉛、酢酸亜鉛、硝酸アルミニウム、モノアリルアミン重合体、ジアリルアミン重合体、ジアリルジメチルアンモニウムクロライド重合体等が挙げられる。

#### 【0104】

また、有機アニオン物質としては、カルボン酸、スルホン酸、リン酸などを使用することが出来、例えば、酢酸、蔞酸、乳酸、フマル酸、クエン酸、サリチル酸、安息香酸、ベンゼンスルホン酸、トルエンスルホン酸、ヒドロキシベンゼンスルホン酸、リン酸トリフェニルなどが挙げられる。

**【0105】**

本発明のインクジェット記録方法は、公知のインクジェット方式であれば特に限定されず、熱インクジェット方式やピエゾインクジェット方式を用いて記録媒体表面に印字することができる。

**【0106】**

本発明のインクジェット記録方法においては、インクが記録媒体表面に付与される際のドロップ量（付与量）が、液滴1ドロップ当り25 ng以下であることが好ましく、より好ましくは、0.5 ng以上20 ng以下の範囲内であり、更に好ましくは、2.5 ng以上18 ng以下の範囲内である。

ドロップ量が、液滴1ドロップ当り25 ngを超える場合には、滲みが激しい場合や乾燥時間が遅くなる場合がある。これは、例えば、インクを凝集させる作用を有する液体組成物が記録媒体表面に存在した場合、インクと記録媒体との接する面でインクが凝集し、インクの浸透が阻害され、この際、インクのドロップ量が多い場合には、紙表面方向にインクが広がってしまうためであると考えられる。

**【0107】**

また、滲みの改善効果という観点から熱インクジェット方式を用いることがより好ましい。この原因は明らかとはなっていないが、ノズルからインクが吐出される際には、加熱されたインクの粘度は低くなっているものの、記録媒体表面に付与された際にはインクの温度が低下するため、粘度が急激に大きくなる。このため、滲みに改善効果があると考えられる。

**【0108】**

以上に説明したような、本発明のインクおよびインクジェット記録方法は、通常のインクジェット記録装置は勿論、インクのドライングを制御するためのヒーター等を搭載したインクジェット記録装置、または、中間体転写機構を搭載し、中間体にインクを印字した後、紙等の記録媒体に転写するインクジェット記録装置等においても用いることもできる。

**【0109】****【実施例】**

以下に本発明を実施例を挙げてより具体的に説明する。但し、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

#### 【0110】

(インク)

実施例に用いたインクは、以下の顔料処理方法1、顔料処理方法2、または、インク作製方法を利用して作製した。

#### 【0111】

ー顔料処理方法1ー

顔料に次亜塩素酸ナトリウムで表面酸化処理を施した後、脱塩処理を行なった。このようにして得られた表面処理顔料を顔料濃度が20質量%となるようにイオン交換水中に加え、pHを7.5に調整した後、超音波ホモジナイザーを用いて分散を行なった。この分散液を遠心分離装置で、遠心分離処理(8000rpm×30分)を施し、残渣部分(全量に対して20質量%)を除去した

#### 【0112】

ー顔料処理方法2ー

顔料(Black Pearls L, キャボット社)30質量部に対して、スチレンーアクリル酸共重合体のナトリウム中和塩を3質量部と、イオン交換水とを加え、総量を300質量部とした。この混合液を超音波ホモジナイザーで分散させた後、この分散液を遠心分離装置で、遠心分離処理(8000rpm×30分)を施し、残渣部分100質量部を除去した。続いて、2 $\mu$ mのフィルターを用いて濾過を行い、所望の顔料分散液を得た。

#### 【0113】

ーインク作製方法ー

適量の顔料分散液に、水溶性有機溶媒、界面活性剤、イオン交換水等を適量加え、各材料が所定量含まれるようにインクを調整した。これを、混合、攪拌し、2 $\mu$ mフィルターをかけ、所望のインクを得た。

#### 【0114】

<Ink-1>

上記インク作製方法に従って、下記組成物を含むインク(Ink-1)を作製

した。

- ・ Cabot Jet-300 (キャボット社製) : 4 質量%
- ・ ジエチレングリコール (SP=15.0) : 8 質量%
- ・ トリエチレングリコール (SP=13.6) : 4 質量%
- ・ N-メチル-2-ピロリドン (SP=10.8) : 2 質量%
- ・ 尿素 : 5 質量%
- ・ アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物 : 1 質量%
- ・ イオン交換水 : 76 質量%

このインクの、粘度は  $2.3 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 、表面張力は  $32 \text{ mN/m}$  であった。

#### 【0115】

##### < Ink-2 >

上記インク作製方法に従って、下記組成物を含むインク (Ink-2) を作製した

- ・ IJX253 (キャボット社) : 5 質量%
- ・ n-ブチルメタクリレート-メタクリル酸-メタクリル酸ナトリウム共重合体 : 0.15 質量%
- ・ グリセリン (SP=20.0) : 10 質量%
- ・ トリプロピレングリコール (SP=12.1) : 5 質量%
- ・ ブチルカルビトール (SP=10.5) : 3 質量%
- ・ 尿素 : 4 質量%
- ・ ポリオキシエチレン2-エチルヘキシルエーテル : 1 質量%
- ・ イオン交換水 : 71.85 質量%

このインクの粘度は  $2.8 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 、表面張力は  $33 \text{ mN/m}$  であった。

#### 【0116】

##### < Ink-3 >

顔料処理方法1に従って顔料を処理し、続いて、上記インク作製方法に従って下記組成物を含むインク (Ink-3) を作製した

- ・ C. I. Pigment Red 122 : 4 質量%
- ・ スチレン-メタクリル酸-メタクリル酸ナトリウム共重合体 : 0.1 質量%

- ・チオジエタノール (SP=15.2) : 8質量%
- ・テトラエチレングリコール (SP=12.8) : 8質量%
- ・プロピレングリコールエチレンオキサイド付加物 (SP=10.9) : 4質量%
- ・尿素 : 5質量%
- ・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物 : 0.8質量%
- ・イオン交換水 : 70.1質量%

このインクの粘度は2.5 mPa・s、表面張力は31 mN/mであった。

#### 【0117】

##### < Ink-4 >

顔料処理方法2に従って顔料を処理し、続いて、上記インク作製方法に従って下記組成物を含むインク (Ink-4) を作製した。

- ・Black Pearls L (キャボット社製) : 4質量%
- ・スチレン-アクリル酸共重合体ナトリウム中和塩 : 0.4質量%
- ・ジエチレングリコール (SP=15.0) : 10質量%
- ・トリエチレングリコール (SP=13.6) : 5質量%
- ・ジグリセリンエチレンオキサイド付加物 (SP=11.6) : 3.5質量%
- ・尿素 : 6質量%
- ・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物 : 0.25質量%
- ・イオン交換水 : 70.85質量%

このインクの粘度は2.5 mPa・s、表面張力は31 mN/mであった。

#### 【0118】

##### < Ink-5 >

顔料処理方法1に従って顔料を処理し、続いて、上記インク作製方法に従って下記組成物を含むインク (Ink-5) を作製した

- ・C. I. Pigment Red 122 : 4質量%
- ・ジエチレングリコール (SP=15.0) : 15質量%
- ・N-メチル-2-ピロリドン (SP=10.8) : 5質量%
- ・尿素 : 5質量%

- ・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物：1 質量%
- ・イオン交換水：70 質量%

このインクの、粘度は2.2 mPa・s、表面張力は32 mN/mであった。

【0119】

< Ink-6 >

顔料処理方法1に従って顔料を処理し、続いて、上記インク作製方法に従って下記組成物を含むインク（Ink-6）を作製した

- ・C. I. Pigment Red 122：4 質量%
- ・ジエチレングリコール（SP=15.0）：4 質量%
- ・トリエチレングリコール（SP=13.6）：8 質量%
- ・N-メチル-2-ピロリドン（SP=10.8）：4 質量%
- ・尿素：5 質量%
- ・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物：1 質量%
- ・イオン交換水：74 質量%

このインクの、粘度は2.5 mPa・s、表面張力は32 mN/mであった。

【0120】

< Ink-7 >

顔料処理方法1に従って顔料を処理し、続いて、上記インク作製方法に従って下記組成物を含むインク（Ink-7）を作製した

- ・C. I. Pigment Red 122：4 質量%
- ・ジエチレングリコール（SP=15.0）：8 質量%
- ・トリエチレングリコール（SP=13.6）：4 質量%
- ・N-メチル-2-ピロリドン（SP=10.8）：0.5 質量%
- ・尿素：5 質量%
- ・アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物：1 質量%
- ・イオン交換水：77.5 質量%

このインクの、粘度は2.1 mPa・s、表面張力は32 mN/mであった。

【0121】

< Ink-8 >



顔料処理方法1に従って顔料を処理し、続いて、上記インク作製方法に従って下記組成物を含むインク (Ink-8) を作製した

- ・ Black Pearls L (キャボット社製) : 4 質量%
- ・ ジエチレングリコール (SP=15.0) : 8 質量%
- ・ トリエチレングリコール (SP=13.6) : 4 質量%
- ・ N-メチル-2-ピロリドン (SP=10.8) : 3.2 質量%
- ・ 尿素 : 5 質量%
- ・ アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物 : 1 質量%
- ・ イオン交換水 : 74.8 質量%

このインクの、粘度は  $2.2 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 、表面張力は  $32 \text{ mN/m}$  であった。

#### 【0122】

##### < Ink-9 >

顔料処理方法2に従って顔料を処理し、続いて、上記インク作製方法に従って下記組成物を含むインク (Ink-9) を作製した。

- ・ Black Pearls L (キャボット社製) : 4 質量%
- ・ スチレン-アクリル酸共重合体ナトリウム中和塩 : 0.4 質量%
- ・ ジエチレングリコール (SP=15.0) : 8 質量%
- ・ エチレングリコール (SP=17.8) : 2 質量%
- ・ トリエチレングリコール (SP=13.6) : 3.5 質量%
- ・ テトラエチレングリコール (SP=12.8) : 0.5 質量%
- ・ 1,2-ヘキサジオール (SP=13.4) : 1 質量%
- ・ ジグリセリンエチレンオキサイド付加物 (SP=11.6) : 1 質量%
- ・ ブチルカルビトール (SP=10.5) : 0.5 質量%
- ・ 尿素 : 6 質量%
- ・ アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物 : 0.25 質量%
- ・ イオン交換水 : 72.85 質量%

このインクの粘度は  $2.3 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 、表面張力は  $31 \text{ mN/m}$  であった。なお、既述した式(3)により求めたインクに含まれる第1の水溶性溶媒群の溶解性パラメータ  $SP_1$  は、13.5である

## 【0123】

## &lt; Ink-10 &gt;

顔料処理方法1に従って顔料を処理し、続いて、上記インク作製方法に従って下記組成物を含むインク (Ink-10) を作製した

- ・ Black Perls L (キャボット社製) : 4 質量%
- ・ ジエチレングリコール (SP=15.0) : 8 質量%
- ・ トリエチレングリコール (SP=13.6) : 4 質量%
- ・ N-メチル-2-ピロリドン (SP=10.8) : 0.8 質量%
- ・ 尿素 : 5 質量%
- ・ アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物 : 1 質量%
- ・ イオン交換水 : 77.2 質量%

このインクの、粘度は2.2 mPa・s、表面張力は32 mN/mであった。

## 【0124】

## &lt; Ink-11 &gt;

顔料処理方法1に従って顔料を処理し、続いて、上記インク作製方法に従って下記組成物を含むインク (Ink-11) を作製した

- ・ Black Perls L (キャボット社製) : 4 質量%
- ・ ジエチレングリコール (SP=15.0) : 3.6 質量%
- ・ トリエチレングリコール (SP=13.6) : 4 質量%
- ・ N-メチル-2-ピロリドン (SP=10.8) : 2 質量%
- ・ 尿素 : 5 質量%
- ・ アセチレングリコールエチレンオキサイド付加物 : 1 質量%
- ・ イオン交換水 : 80.4 質量%

このインクの、粘度は2.0 mPa・s、表面張力は31 mN/mであった。

## 【0125】

## &lt; TL-1 &gt;

下記組成物を混合することにより、液体組成物 (TL-1) を得た。

- ・ ジエチレングリコール : 20 質量%
- ・ 硝酸マグネシウム : 5 質量%

- ・ 尿素：5 質量%
- ・ ポリオキシエチレンステアリルエーテル（エチレンオキサイドの繰り返し単位  
数=12）：0.1 質量%
- ・ 水：69.9 質量%

この液体組成物の粘度は2.1 mPa・s、表面張力は31 mN/mであった。  
。

#### 【0126】

（評価方法）

印字は、800 dpi、256ノズルの試作プリントヘッドを用い、インクのみ、或いは、インクおよび液体組成物を用いてFX-P紙（富士ゼロックス社製）に印字し、各種評価を行った。また、以下特に記載が無い場合、印字は一般環境下（温度23±0.5℃、湿度55±5% R. H）で行い、評価は印字後24時間一般環境下に放置したサンプルに対して行った。

尚、Ink-1～4、9を用いた実施例1～5、及び、Ink-5～8、10、11を用いた比較例1～6については、インク単独での評価を行った。結果を表1に示す

一方、Ink-2及び3にTL-1を併用した実施例6及び7については、液体組成物を記録媒体に付与した後、インクを付与する記録方法を用いて評価を行った。結果を表2に示す。

#### 【0127】

【表1】

	インク	SP <sub>2</sub> -SP <sub>1</sub>	SP <sub>1</sub> -SP <sub>3</sub>	W <sub>2</sub> /W <sub>1</sub>	W <sub>3</sub> /W <sub>1</sub>	ζ 電位 (mV)	η (mPa・s)	γ (mN/m)	長期噴射 安定性	長期保存 安定性	光学 濃度	滲み	耐水性
実施例 1	Ink-1	1.4	2.8	2	0.5	-32	2.3	32	○	○	○	○	○
実施例 2	Ink-2	7.9	1.6	2	0.6	-50	2.8	33	○	○	○	○	△
実施例 3	Ink-3	2.4	1.9	1	0.5	-11	2.5	31	○	○	○	○	○
実施例 4	Ink-4	1.4	2.0	2	0.7	-44	2.5	31	○	○	○	○	○
実施例 5	Ink-9	1.4	2.0	2	0.3	-38	2.3	31	○	○	○	○	○
比較例 1	Ink-5	—	—	—	—	-15	2.2	32	×	○	○	○	○
比較例 2	Ink-6	1.4	2.8	0.5	0.5	-11	2.5	32	×	×	○	○	○
比較例 3	Ink-7	1.4	2.8	2	0.125	-9	2.1	32	○	×	○	○	○
比較例 4	Ink-8	1.4	2.8	2	0.8	-63	2.2	32	×	○	×	×	×
比較例 5	Ink-10	1.4	2.8	2	0.2	-65	2.2	32	○	×	×	×	×
比較例 6	Ink-11	1.4	2.8	0.9	0.5	-66	2.0	31	○	×	×	×	×

【0128】

【表 2】

	インク及び 液体組成物	SP <sub>2</sub> -SP <sub>1</sub>	SP <sub>1</sub> -SP <sub>3</sub>	W <sub>2</sub> /W <sub>1</sub>	W <sub>3</sub> /W <sub>1</sub>	ζ 電位 (mV)	η (mPa・s)	γ (mN/m)	長期噴射 安定性	長期保存 安定性	光学 濃度	しみ	耐水性
実施例 6	Ink-2	7.9	1.6	2	0.6	-50	2.8	33	○	○	○	○	○
	TL-1	—	—	—	—	—	2.1	31					
実施例 7	Ink-3	2.4	1.9	1	0.5	-11	2.5	31	○	○	○	○	○
	TL-1	—	—	—	—	—	2.1	31					

【0129】

なお、表1および表2中、「SP<sub>2</sub>」は第2の水溶性溶媒群の溶解性パラメータ（2種以上の水溶性溶媒を含む場合は、溶解性パラメーターの最も低い水溶性溶媒の値）を意味し、「SP<sub>3</sub>」は第3の水溶性溶媒群の溶解性パラメータ（2種以上の水溶性溶媒を含む場合は、溶解性パラメーターの最も高い水溶性溶媒の値）を意味し、「 $\eta$ 」は粘度を意味し、「 $\gamma$ 」は表面張力を意味する。また、上記の表1および表2に示す各種評価項目（長期噴射安定性、長期保存安定性、光学濃度、滲み、および、耐水性）の評価方法およびその評価規準は以下に説明する通りである。

### 【0130】

#### <長期噴射安定性>

インクを $5 \times 10^7$  pulseで連続印字させ、印字の前後でのDrop速度を測定する。連続印字前後でのDrop速度の比率（ $\Delta DS$ 値（%））を下式（5）に基いて算出し、以下の評価規準に基づいて評価を行った。

・式（5）

$$\Delta DS = 100 \times (\text{連続印字後のDrop速度} \div \text{連続印字前のDrop速度})$$

### 【0131】

#### —評価規準—

○… $\Delta DS$ が90%以上

△… $\Delta DS$ が80%以上

×… $\Delta DS$ が80%未満

### 【0132】

#### <長期保存安定性>

インクを60℃の温度下で1000時間放置し、放置前後のインクに含まれる粒子径0.5  $\mu\text{m}$ 以上の粒子数を測定した。次に、放置前後での粒子数の比率（ $\Delta PS$ 値（%））を下式（6）に基いて算出し、以下の評価規準に基づいて評価した。

尚、0.5  $\mu\text{m}$ 以上の粒子数の測定は、Accusizer<sup>TM</sup> 770 Optical Particle Sizer (Particle Sizing Systems社製)を用い、上記手法と同様の測定方法で測定を行った。

## 【0133】

・式(6)

$\Delta P S = 100 \times (\text{放置後のインクに含まれる粒子径 } 0.5 \mu\text{m 以上の粒子数} \div \text{放置前のインクに含まれる粒子径 } 0.5 \mu\text{m 以上の粒子数})$

## 【0134】

－評価規準－

○… $\Delta P S$ が110%未満

△… $\Delta P S$ が150%未満

×… $\Delta P S$ が150%以上

## 【0135】

<光学濃度>

100%カバレッジパターンを印字し、エックスライト404（エックスライト社製）を用いて光学濃度を測定し、以下の評価規準に基づいてランク付けした。

## 【0136】

－評価基準（黒インクを用いた場合）－

○…光学濃度が1.4以上

△…光学濃度が1.3以上1.4未満

×…光学濃度が1.3未満

## 【0137】

－評価基準（カラーインクを用いた場合）－

○…光学濃度が1.1以上

△…光学濃度が1.0以上1.1未満

×…光学濃度が1.0未満

## 【0138】

<滲み>

細線パターンを印字し、印字部の滲み度合いを限度見本に照合し、以下の評価規準で官能評価を行なった。

## 【0139】

－評価基準－

○…滲みが少ないもの

△…滲みは発生しているが、許容レベルのもの

×…滲みが激しく、許容範囲外のもの

【0140】

<耐水性>

ベタパターンで印字したサンプルを水中に5分間浸漬させ、浸漬前後での光学濃度の比率（下式（7）に基いて算出された $\Delta OD$ 値（％））に基き、以下の評価基準で評価を行った。

【0141】

・式（7）

$\Delta OD \text{ 値} = 100 \times (\text{浸漬後光学濃度} \div \text{浸漬前光学濃度})$

【0142】

—評価基準—

○… $\Delta OD$ 値が90％以上

△… $\Delta OD$ 値が80％以上

×… $\Delta OD$ 値が80％未満

【0143】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明に係るインクジェットインク、並びに、インクジェット記録方法は、長期噴射安定性、長期保存安定性、光学濃度、滲み、および、耐水性に優れるものである。



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 長期噴射安定性、長期保存安定性、光学濃度、滲みおよび耐水性に優れたインクを提供すること。

【解決手段】 少なくとも顔料と第1～第3の水溶性溶媒群と水とを含み、第1の水溶性溶媒群が、一般式 I で示され、溶解性パラメータが  $SP_1$  である水溶性溶媒を1種以上含み、第2の水溶性溶媒群が、 $SP_1$  よりも溶解性パラメータが1以上大きい水溶性溶媒を1種以上含み、第3の水溶性溶媒群が、 $SP_1$  よりも溶解性パラメータが1以上小さい水溶性溶媒を1種以上含み、インクに含まれるこれら水溶性溶媒群の含有量（質量%）が下式1及び2の関係を満たすことを特徴とするインク。

・一般式 I  $HO-(CHR-CH_2-O)_n-H$

・式1  $W_2/W_1 \geq 1.0$

・式2  $0.25 \leq W_3/W_1 \leq 0.75$

〔上記式中、 $n$ は3～6の整数、 $R$ は水素またはメチル基、 $W_1$ 、 $W_2$ および $W_3$ はインク中の第1、第2および第3の水溶性溶媒群の含有量を表す。〕

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 3 5 9 1 8 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 5 4 9 6 ]

1 . 変更年月日

1 9 9 6 年    5 月 2 9 日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都港区赤坂二丁目 1 7 番 2 2 号

氏 名

富士ゼロックス株式会社